Chem.
48 2

3

Chemia spec.

R

Buchholz.

Digitized by Google

Chemische Versuche

über

die Gewinnungsart

des leichten Salzäthers

nach Basse

von

Christian Friedrich Bucholz,

und über

die Darstellung

der

reinen Gallussäure

aus Galläpfeln

von

D. Joh. Barth. Trommsdorff.

Erfurt,
bey Beyer und Maring
1804.

Digitized by Google

Bayerische
Staatsbibliothek
München

Digitized by Google

Ueber

die Darstellung

der

reinen Gallussäure

aus

den Galläpfeln,

mit Hinsicht

auf die Richtersche Scheidungsmethode.

Von

D. Joh. Bartholmä Trommsdorff,

Professor der Chemie.

Erfurt,

bey Beyer und Maring

1804.

Digitized by Google

Digitized by Google

Ueber

die Darstellung

der

reinen Gallussäure aus den Galläpfeln,

mit Hinsicht

auf die Richtersche Scheidungsmethode.

Seitdem der verewigte Scheele die wichtige Entdeckung gemacht hatte, daß die Galläpfel eine eigne Säure enthielten, und ihre Darstellung lehrte, seitdem haben sich die Chemiker auf die mannichfaltigste Art bemühet diese Säure rein darzustellen. Es würde unnütz seyn alle die verschiedenen Versuche zu beschreiben, die in dieser Hinsicht angestellt worden sind, da man sie in den Handbüchern der Chemie verzeichnet findet.

Proust's Versuche lehrten in den neuern Zeiten bestimmt die Verschiedenheit kennen, welche

zwischen der Gallusſäure, und dem zuſammenziehenden Princip ſtatt findet, und gaben zu neuen, aber nicht gelungenen Scheidungsmethoden beider Stoffe Veranlaſſung. Um ſo erwünſchter mußte es ſeyn, daß uns Richter in dem 11 Stücke ſeiner Abhandl. über die neuern Gegenſtände der Chemie S. 67. ff. ein Verfahren bekannt machte, die Gallusſäure völlig rein, und frey von zuſammenziehenden Princip darzuſtellen, und ich unternahm ſogleich eine Prüfung dieſer Methode.

A. Sechszehn Unzen auserleſene Galläpfel wurden fein gepülvert, das Pulver in einen gläſernen Kolben geſchüttet, und mit 24 Pfund deſtillirten Waſſer übergoſſen. Von Zeit zu Zeit wurde das Gemenge umgeſchüttelt, und blieb in der Kälte bei einer Temperatur von 10—12° über 0 Reaumur zweimal 24 Stunden lang ſtehen. Das Waſſer färbte ſich ziemlich dunkel, und wurde nach Verlauf dieſer Zeit von den Galläpfeln durch einen leinenen Spitzbeutel geſchieden.

B. Die Galläpfel wurden hierauf abermals in den Kolben zurück gebracht, vom neuen mit

30 Pfund destillirten Wasser übergossen, und blieben damit noch 3mal 24 Stunden lang in Berührung. Dann wurde alles wieder auf den Spitzbeutel gebracht, und die ablaufende Flüßigkeit, die jetzt kaum gefärbt war, aber doch sehr stark auf Eisensolution reagirte, zu der ersteren geschüttet.

C. Beide wässrige Extraktionen (A. u. B.) wurden nun in einer Porcelainschaale bei gelinder Wärme im Sandbaden verdunstet, und als die Flüßigkeit, welche sehr dunkelgefärbt, aber völlig durchsichtig war, die Dicke eines Saftes erhalten hatte, wurde die Schaale herausgenommen, und blos auf einen hohen Stubenofen gesetzt, wo sie bei einer Wärme, die kaum 40° Reaumur hatte, vollends austrocknete.

D. Die ausgetrocknete Masse konnte nur mit vieler Mühe aus der Abrauchschaale losgemacht werden. Sie schien aber doch völlig trocken zu seyn, denn sie ließ sich in einer Reibschaale zu einem Pulver zerreiben. Das Pulver besaß eine braune Farbe, lößte sich leicht im Wasser zu einer durchsichtigen Flüßigkeit auf, und wurde an der Luft nicht feucht. Die völlige Lös-

lichkeit im Wasser ließ mich vermuthen, daß die Galläpfel wenig oder keinem Extraktivstoff enthielten, denn dieser würde doch unter dem Abrauchen oxydirt worden seyn, und hernach der Lösung im Wasser wiederstanden haben. Auch konnte ich hieraus auf die gänzliche Abwesenheit der harzigten Theile schließen.

E. Das gepulverte Galläpfelextrakt betrug am Gewicht eilf Unzen, eine Menge worüber ich mich sehr verwunderte. Es wurde in einen Kolben geschüttet, und mit 2 Pfund des reinsten Alkohols übergossen. Da Richter ausdrücklich verlangt, daß der Alkohol völlig rein und nicht ein halbes Procent Wasser enthalten soll, so verfertigte ich einen absoluten Alkohol durch Destillation über glühend geschmolzenen, und noch einem in den Alkohol getragenen salzsauren Kalk. Dieser Alkohol hatte bei einer Temperatur von 16° Reaumur 0,790 specifisches Gewicht, welches ich um recht sicher zu gehen, durch die hydrostatische Wage und zwei Aräometer bestimmte. Ich konnte also mit Gewißheit annehmen, daß mein Alkohol wasserfrei war. Das Gefäß, in welches der Alkohol über den gepulverten Galläpfelauszug gegossen war, wurde

de mit Blase verwahrt, und so alles der kalten Ausziehung überlassen. Schon nach einigen Stunden nahm die Flüßigkeit eine sehr dunkle Farbe an, die nach einigen Tagen noch dunkler wurde, und dieses ließ mich gleich an dem glücklichen Erfolge zweifeln. Ich ließ nach einigen Tagen alles ruhig stehen, und goß die Flüßigkeit klar ab, auf den Rückstand aber noch einige Pfunde absoluten Alkohol, die abermals sich noch ziemlich färbten, nachher auch abgegossen wurden; da indessen der Rückstand zu viele Flüßigkeit noch enthielt, die ich nicht gern verlieren wollte, so brachte ich ihn auf ein Filtrum von weißen Druckpapier, und ließ ihn abtröpfeln. Die ersten beiden Flüßigkeiten schüttete ich zusammen, allein die dritte welche von dem Filtro abtröpfelte, hob ich besonders auf, und bezeichnete sie mit No. 2.

F. Die geistigen Extraktionen (E.) waren sehr stark gefärbt. Sie wurden in eine gläserne Retorte geschüttet, eine Vorlage anlutirt, und bei Lampenfeuer der Alkohol überdestillirt. So wie die Flüßigkeit in der Retorte anfieng dicklich zu werden, unterbrach ich die Destillation. Nach dem Erkalten fand ich in der Retorte eine ex-

traktförmige Masse, die sehr dunkelgefärbt war, unter derselben saß aber ein pulverartiger krystallinischer hellgelber Niederschlag. Ich lößte alles in siedendem Wasser auf, und erhielt wieder eine durchsichtige aber sehr gefärbte Flüßigkeit, aus der sich auch keine reine Galläpfelsäure krystalliſiren wollte.

G. Jetzt nahm ich No. 2. (E.) und destillirte den Alkohol davon ab, der Erfolg aber war der nähmliche; es blieb eine extraktförmige Masse zurück, und auf den Boden befand sich ein hellbraunes krystallinisches Pulver, welches ich für Galläpfelsäure hielt. Um indessen zu sehen, ob sie sich nicht würde abscheiden lassen, so übergoß ich die Masse mehrmals mit eiskaltem destillirten Wasser, und ließ das Pulver ziemlich rein absetzen; getrocknet, und mit Alkohol übergoßen lößte es sich leicht, und bei dem Verdunsten des Alkohols schossen jetzt wirklich Krystalle an, die aber doch gefärbt waren.

H. Da mein Alkohol völlig wasserfrei war, so konnte ich den unglücklichen Erfolg nur etwa davon ableiten, daß der Galläpfelauszug, ob er gleich getrocknet und gepulvert war, demnach

nicht

nicht wasserfrei gewesen. Denn daß sich nach der von Richter angegebenen Methode eine reine Galläpfelsäure bereiten ließ, daran zweifelte ich um so weniger, da mir Richter als ich ihn vor einiger Zeit besuchte, eine reine völlig weiße krystallisirte Gallussäure zeigte, die er durch Alkohol erhalten hatte.

Um indessen diesen Fehler zu vermeiden, und ein ganz wasserfreies Extrakt darzustellen, beschloß ich die ganze Arbeit noch einmal ganz von Neuem anzufangen.

I. Sechszehn Unzen der besten auserlesenen aleppischen Galläpfel wurden fein gepulvert, und in einem Kolben wieder zweimal mit kalten destillirten Wasser extrahirt, wie zuvor (A. B.). Die Flüßigkeiten wurden zur Saftdicke abgedunstet, und dann ließ ich sie auf dem Stubenofen vollends austrocknen. Die trockne Masse wurde gepulvert, und vom neuen auf einem Siebe ausgebreitet, das mit geglätteten Papier bedekt war, und so lange auf den Ofen gestellt, bis alles ein sehr trocknes staubigtes Pulver war.

Digitized by Google

K. Dieses Pulver wog 9 Unzen, also zwei Unzen weniger als das vorige, welcher geringere Betrag aber auch von der Verschiedenheit der Galläpfel abgeleitet werden kann. Ich schüttete dieses Pulver in einem Kolben und übergoß es mit 2 Pfund absoluten Alkohol, verwahrte den Kolben mit Blase, und ließ alles mehrere Tage lang in der Kälte unter fleißigen Umschütteln stehen. Die Masse ballete sich anfangs ziemlich fest zusammen, ließ sich aber hernach durch Umschütteln wieder vertheilen, und die Flüßigkeit färbte sich; aber bei weitem nicht so dunkel wie im vorigen Versuche. Sie wurde durch Sedimentiren abgehellt und abgegossen, der Rückstand aber auf ein Filtrum gebracht. Diese zweite Flüßigkeit hob ich aber einstweilen besonders auf.

L. Die abgegossene geistige Flüßigkeit wurde in eine Retorte geschüttet, eine Vorlage angebracht und bei Lampenfeuer der Alkohol abgezogen. Als die Flüßigkeit anfieng dicklich zu werden, so wurde die Destillation beendiget, worauf der Rückstand in der Retorte zu einer krystallinischen aber braungefärbten unregelmäßigen Masse erstarrte.

M. Da

M. Da hier abermals Gerbestoff mit aufgelößt worden, so muß ich fast glauben, daß auch hier noch Feuchtigkeit in dem trocknen Auszuge mit im Spiele gewesen sey. Aber wie war es möglich, daß Richter das Extrakt so leicht trocken erhielt? wenigstens erwähnt er hierbei keiner Schwierigkeiten. Ich wagte nicht ein stärkeres Austrocknen vorzunehmen, weil eine Zerstöhrung des Extrakts leicht zu befürchten war.

M. Um vielleicht eine reinere Säure zu gewinnen, denn die jetzige war kaum reiner als die nach Scheele erhaltene, goß ich siedendes Wasser auf die Masse, worauf sich alles zu einer gefärbten braunen Flüßigkeit auflößte, die ich zum gelinden Verdunsten auf den Stubenofen setzte. Es wollten sich keine Krystallen abscheiden, daher ich die Flüßigkeit nun in der Kälte geraume Zeit stehen ließ. Jetzt hatte sich ein gelblichgraues krystallinisches Pulver zu Boden gesetzt, von welchem ich die dunkle Flüßigkeit so behutsam wie möglich abgoß; auf das Pulver goß ich einigemal eiskaltes Wasser, und nachdem sich das Pulver gesetzt hatte, goß ich das Wasser ab, und setzte die Schaale mit dem

Pul-

Pulver auf einen Stubenofen, und ließ es völlig austrocknen. Der Rückstand stellte jetzt eine leicht zerreibliche Masse dar, und wurde nun in einen reinem Kolben wieder mit absoluten Alkohol übergossen. Nach einigen Stunden hatte der Alkohol eine blaßgelbe Farbe angenommen, und wurde von dem Unaufgelößten wieder abgegossen.

O. Die abgegossene Flüßigkeit brachte ich in einen kleinen Kolben, lutirte einen Helm auf, und zog den größten Theil des Alkohols ab, goß die rückständige Flüßigkeit noch warm in eine gläserne Schaale, und ließ sie erkalten, sie erhärtete ganz zu einer gelblichten leichten krystallinischen Masse, die aber mit Wasser abgespült vollkommen weiß war, und am Gewicht zwei Drachmen betrug, und sich wie reine Gallussäure verhielt.

P. Jenen Rückstand (N.) übergoß ich noch mit Alkohol — es sey aber, daß der Rückstand unterdessen Feuchtigkeit angezogen hatte, (denn die Witterung war sehr feucht) oder daß der Alkohol wieder etwas Wasser enthielt, (er war von den vorigen Extraktionen durch Destil-

lation

lation geschieden) genug ich erhielt wieder eine gefärbte Auflösung, und gefärbte Krystalle.

Ich glaube aus den angestellten Versuchen den Schluß machen zu dürfen, daß nach der Richterschen Methode allerdings eine reine Gallussäure dargestellt werden kann; daß sie aber mit sehr großen Schwierigkeiten verknüpft ist, weil alles darauf ankömmt, einen völlig wasserfreien Galläpfelauszug darzustellen: und wie will man dieses mit Sicherheit veranstalten, wenn nicht ein glücklicher Zufall die Hand bietet? Auch kann man der Richterschen Methode den Vorwurf der Kostspieligkeit mit Recht machen, denn der absolute Alkohol ist nicht wohlfeil, und man verliert bei der Bearbeitung sehr viel von demselben.

Wir sind indessen Herrn Richter für diese Methode allerdings vielen Dank schuldig; denn durch sie werden die Zweifel gehoben, die Scherer in Wien gegen die Eigenthümlichkeit des Tannins vorgebracht hat, und denen Scherer in Dorpat so unbedingt beipflichtet; jeder Chemiker würde sicher, anstatt des Raisonnements des letztern lieber eine Reihe Versuche gelesen haben.

Digitized by Google

haben. Ich hoffe bei einer andern Gelegenheit die Eigenthümlichkeit des Tannins weiter auseinander zu setzen. Daß wirklich die Gallussäure schon gebildet in den Galläpfeln liegt, und nicht erst durch eine Umänderung der Bestandtheile der Galläpfel hervorgebracht wird, wie Herr Scherer glaubt, beweist die Extraktion mit Alkohol. Diese Operation ist so wenig gewaltsam als nur irgend eine, und wenn wir hier die Gallussäure als Produkt der Operation ansehen wollten, so müßten wir mit gleichem Rechte das Jalappenharz ebenfalls als ein Produkt ansehen. Uebrigens will ich gar nicht in Abrede seyn, daß die Gallussäure unter gewissen Umständen in Tannin übergehen kann.

Da uns die Richtersche Gallussäure in den Stand setzt, die Eigenschaften einer reinen Gallussäure kennen zu lernen, und sie mit denen der auf andere Art dargestellten Gallussäure zu vergleichen, so beschloß ich sogleich die durch Sublimation bereitete damit zu vergleichen, und in der That, ich erhielt durchaus übereinstimmende Resultate. Wenn also gleich die Gallussäure zum Theil bei der Sublimation zersetzt wird,

Digitized by Google

wird, so verhält sich doch die sublimirte Gallusſäure wie reine Gallusſäure.

Neuerdings hat man abermals vorgeſchlagen die Gallusſäure aus den Galläpfeln durch Sublimation zu bereiten, und es gelingt auch in der That, nur muß man äußerſt behutſam mit der Regierung des Feuers ſeyn; denn iſt die Hitze ſo weit geſtiegen, daß ſich Oel bildet, ſo erhält man keine Säure mehr. Die Ausbeute an Säure iſt auf dieſe Art auch ſehr gering, denn ich habe oft aus 4 Unzen Galläpfeln nur 20 Gran erhalten, aber in reinen ſilberweißen und glänzenden Kryſtallen.

Dieſes veranlaßte mich indeſſen zu verſuchen, ob es nicht vortheilhaft ſey, die auf die Scheel'ſche Art erhaltene Gallusſäure, durch Sublimation zu reinigen.

Q. Ich extrahirte alſo ein Pfund der beſten Galläpfel mit kalten Waſſer auf ſchon oft erwähnte Art, rauchte die Flüßigkeit bis auf einige Pfunde ab, und ließ ſie in einem Zuckerglaſe an einem temperirten Orte ſtehen. Die Flüßigkeit trübte ſich ſtark, und es ſonderte ſich

ein ſtarker Bodenſatz ab, während ſich eine Schimmelhaut auf der Flüßigkeit bildete. Der Bodenſatz wurde geſammelt und die Flüßigkeit wieder ſtehen gelaſſen, bis ſich keine Säure mehr abſonderte. Die als ein ſchmuzziggrauer Bodenſatz erhaltene Säure, wurde mit kalten deſtillirten Waſſer abgewaſchen, wodurch ſie reiner wurde, dann ſtark ausgetrocknet, und nun in einer Retorte mit unlutirt angelegter Vorlage, einem höchſt gelindem Feuer ausgeſezt. So vorſichtig wie auch die Regierung des Feuers war, ſo wurde doch die mehrſte Säure zerſtöhrt, und nur ein ſehr kleiner Theil ſublimirte ſich in völlig weißen Kryſtallen.

Es war alſo auf dieſe Art keine vortheilhaftere Gewinnung der Gallusſäure zu hoffen.

R. Ich glaubte nun die Reinigung der Scheelſchen Gallusſäure auf naſſem Wege mit Nuzen unternehmen zu können. Zu dem Ende bereitete ich mir auf die bekannte Art die Scheelſche Säure, und brachte ſie nachdem ſie völlig ausgetrocknet war, mit abſoluten Alkohol zuſammen. Sie lößte ſich darinne ſchnell zu einer dunkelbraunen Feuchtigkeit und ließ ſich nicht

viel

viel reiner darstellen, nachdem der Alkohol geschieden worden. Ich übergehe die vielen vergeblichen Versuche, die ich in dieser Hinsicht angestellt habe, und will nur noch bemerken, daß es mir nicht gelang, die Scheel'sche Gallussäure durch den absoluten Alkohol, völlig weiß und rein darzustellen; es scheint daher als wenn bey der langwierigen Abscheidung dieser Säure, sich ein Theil des Gerbestoffes innigst damit verbände, der sich hernach nicht wieder absondern läßt.

Ich behalte mir vor diesen Gegenstand weiter zu verfolgen, um vielleicht noch zu einer vortheilhaften Methode zu gelangen, die Gallussäure in einem Zustande darzustellen, welches um so mehr zu vermuthen ist, da die eigenthümlichen Eigenschaften dieser Säure und ihrer Verbindungen noch zu wenig bekannt sind, und sich von denselben als Scheidungsmittel noch mancher praktische Vortheil erwarten läßt.

Digitized by Google

Bey den Verlegern dieses sind erschienen und in allen Buchhandlungen zu haben.

Bucholz, Ch. F. Beiträge zur Erweiterung u. Berichtigung der Chemie, 1.—2tes Heft, 1 Rthlr. 4 gr.

— — Grundriss der Pharmacie, mit vorzüglicher Hinsicht auf die pharmacevtische Chemie, für die ersten Anfänger der Apothekerkunst, 1 Rthl. 16 gr.

Coppens, D. B. über die Verkalchung des Bleies, und das Verfahren, dieselbe Arbeit in Bleiweißfabriken im Großen zu veranstalten, mit einer großen Kupfert. a. d. Franz. v. Ph. Loos. 8 gr.

Thilow, G. H. über die Wirkung des Salpeters u. Küchensalzes auf den thierischen Körper. 6 gr.

Trommsdorff, Dr. I. B. chemische Receptirkunst, oder Taschenbuch für praktische Aerzte, welche bey dem Verordnen der Arzneien Fehler in chemischer und pharmacevtischer Hinsicht vermeiden wollen, 3te verb. Aufl. 1 Rthl.

— — und Ch. F. Bucholzens zwey chemische Abhandl. als: Chemische Untersuchung einiger Fossilien ꝛc. und Versuche zur endlichen Berichtigung der Bereitung des Zinnobers auf den sogenannten nassen Wege. 9 gr.

Wildenow's, Dr. C. L. u. Dr. I. I. Bernhardis zwey botanische Abhandl. über einige seltene Farrenkräuter u. über Asplenium und einige ihm verwandte Gattungen mit 4 Kupfertaf. 12 gr.

Digitized by Google

Ueber

die Gewinnungsart

des

leichten Salzäthers

nach

Basse's Vorschrift.

Von

Christian Friedrich Bucholz,

Apotheker zu Erfurt.

Erfurt,

bey Beyer und Maring

1804.

Digitized by Google

Digitized by Google

Ueber

die Gewinnungsart

des

leichten Salzäthers

nach Basse's Vorschrift.

Daß die mehresten Bereitungsarten chemischer Stoffe, nur nach öftern Wiederholungen den Grad der Vollkommenheit und der Bestimmtheit zu erreichen fähig sind, welcher ihnen nöthig; ja, daß oft der Zufall uns hier weiter bringt als unser Bemühen, ist eine dem Scheidekünstler bekannte Erfahrung. Eine gleiche Bewandniß hat es mit der Bereitungsart eines leichten Salzäthers: mannichfaltig waren die vergeblichen Bemühungen mancher ältern Scheidekünstler eine solche ausfindig zu machen. Diese Bemühungen findet man zur bessern Uebersicht im Almanach für Scheidekünstler und Apotheker 1803. Seite 87. u. f. f. und im 3ten Bande

des systematischen Handbuchs der gesammten Chemie von Tromsdorf Seite 330. 341., zusammen gestellt.

Zur Erreichung dieser Absicht wurden besonders die salzsauren Metallverbindungen in ihren Verhalten gegen den Weinalkohol geprüft. Durch diese Prüfungen fand Courtenveaux, daß durch Behandlung des Weinalkohols mit salzsauren oxygenirten Zinn, oder sogenannten Libavschen Geiste noch am leichtesten ein leichter Salzäther könne erhalten werden, welche Erfahrung denn auch der berühmte Klapproth bestätigte.

Da die Gewinnung des hierzu nöthigen Destillats, des salzsauren oxygenirten Zinns, theils zu kostspielig, theils zu gefahrvoll und umständlich ist, so war die Kenntniß eines vereinfachtern Verfahrens den leichten Salzäther zu gewinnen noch immer eine wünschenswerthe Sache. Daher mußte sich der geschickte Apotheker Basse in Hameln den einstimmigen Dank des chemischen Publikums dadurch erwerben, daß er die Chemie mit einer Gewinnungsart des leichten Salzäthers bereicherte, wodurch letzterer schneller.

ler, wohlfeiler und weniger gefahrvoll dargestellt werden kann. Diese Methode bestand bekanntlich darinn: aus geschmolzenen salzsauren Natro (Kochsalz) durch möglichst konzentrirte Schwefelsäure, die Salzsäure mit dem alkoholisirtesten Weingeiste in Berührung zu setzen und durch Destillation und Rektifikation des Gemisches eine ätherhaltige Flüßigkeit darzustellen, aus welcher der Salzäther durch Zumischung von Wasser und Kalilösung, oder durch Rektifikation über Kalkmilch abzuscheiden und von der zugleich mit übergegangenen Salzsäure zu befreien sey.

Das ganze von Herrn Basse beschriebene Verfahren und das andere hierher gehörige befindet sich im 3ten Stück der chemischen Annalen 1801. und das Wesentliche von dort ausgehoben im Almanach für Scheidekünstler und Apotheker 1803. Seite 93. u. f. f.

Es war zu erwarten, daß diese Methode, welche gewiß jedem unerwartet war, bald und häufig geprüft werden würde: allein diese Erwartungen wurden nicht ganz erfüllt; denn Suersen in Kiel,

war vor mir der erste, welcher sie prüfte ohne so glücklich zu seyn Salzäther dadurch zu gewinnen. Die Resultate hiervon theilte derselbe im 42ten Hefte des allgemeinen Journals 703 — 704 mit. Im 53ten Hefte desselben Journals Seite 580 — 587 zeigte Basse, daß die Ursache des Mißlingens der Suersenschen Prüfungsarbeit wohl in dem von letztern angewendeten, zu sehr durch Wasser geschwächten Alkohol, liegen könne.

Die ersten von mir zur Prüfung des Basseschen Verfahrens angestellten Versuche und die daraus erhaltenen Resultate, welche mir zwar über die Möglichkeit der Salzätherbildung bei Anwendung dessen Verfahrens Belehrung gaben, aber leider keinen Aether gewinnen ließen, befinden sich in den von mir herausgegebenen Almanach für Scheidekünstler und Apotheker 1803. Seite 87 — 107. mitgetheilt. Bei glaublich genauester Befolgung des Basseschen Verfahrens, sahe ich immer bei Vermischung des sauren Destillats und Rektifikats mit Wasser und Kalilauge, den erzeugten Aether als Gas sich verflüchtigen, jedoch die Eigenschaften zum Theil zeigend, welche Basse vom Salzäther an-

angiebt: als Geschmack, Geruch und die Farbe des brennenden gasförmigen Fluidums. Da Basse bei Beschreibung seines Verfahrens den leichten Salzäther zu gewinnen, weder der Eigenschwere des Alkohols noch der Schwefelsäure erwähnt, auch die Temperatur der Luft bei welcher er arbeitete unbemerkt läßt, und nur im allgemeinen bemerkt, daß er den alkoholisirtesten Alkohol und Nordhäuser starke Schwefelsäure zu seinen Versuchen angewendet habe; so verleitete mich dieses zu glauben: es dürfte doch wohl ein völlig wasserfreier Wein-Alkohol nicht die Conditio sine qua non der Salzätherbereitung seyn; ich bediente mich daher bei diesen Versuchen eines Weinalkohols, welcher eine Schwere von 0,796 hatte. Ohngeachtet ich nun bei Anwendung dieses nicht völlig wasserfreien Alkohols die Salzäthererzeugung auf das unbezweifelste erfahren hatte; so hielt ich es dennoch für nothwendig und der Nützlichkeit der Sache angemessen, jene kaum erwähnte Prüfungsversuche mit einem völlig wasserfreien Alkohol zu wiederholen; besonders da Basse es in jener oben angeregten, im 53ten Hefte des allgemeinen Journals der Chemie Seite 580—587. befindlichen Notiz zu einer unumgänglichen Bedin-

dingung machte, einen solchen Alkohol anzuwenden um Salzäther zu gewinnen.

Die Versuche, in welchen ich mit einem Alkohol von 0,791 mit einer Schwefelsäure von 1,848 Eigenschwere und glühend geschmolzenen Kochsalze gearbeitet habe, befinden sich im 2ten Stücke des 11ten Bandes vom Tromsdorfischen Journal der Pharmazie Seite 1—20 mitgetheilt. Auch durch diese Versuche wollte es mir noch nicht gelingen Salzäther darzustellen, obschon solcher in Menge erzeugt, theils während der Destillation entwich, theils während der Vermischung des Destillats mit Wasser und Kalilauge, durch das hierbei sich äußernde Erhitzen in Gasgestallt fortgieng. Ich stellte diese Versuche im Novembr. 1803 bei einer Temperatur der Luft, zwischen 5 bis 10 Grad Reaumur über den Gefrierpunkte an. Uebrigens fand ich bei Gelegenheit jener angedeuteten, in Absicht der Salzäthergewinnung verunglückten Versuche, erstens, daß der Salzäther, wie Basse ebenfalls fand, eine Menge Salzsäure enthalte, welche schon zum Theil beim Verbrennen des Aethers in kalten Gefäßen zurück bleibt; zweitens, daß sich der Alkohol durch wiederhohlte Rektifikation

mit

mit derselben damit schon vermischten Salzsäure in Salzätherdunst umwandeln lasse, wobei nach und nach Weingeist und Salzsäure verschwanden, und endlich drittens, daß durch die Einwirkung der Salzsäure auf den Alkohol nur wenig Wasser erzeugt werde.

Nach Aufzählung der mißlungenen Versuche welche die Salzätherbereitung bezwecken sollten am angeführten Orte, warf ich mir die Frage auf: ob etwa meine erzeugte ätherische Flüßigkeit, wegen ihrer flüchtigeren Natur als die des Basseschen, nicht gleich jener in flüßigen Zustande darzustellen sey, und bemerkte zugleich, daß wenn Herr Basse die Eigenschwere seines Aethers und die Temperatur der Luft, wobei er arbeitete hätte angeben wollen, sich diese Frage leicht würde haben beantworten lassen.

Durch diesen den Basseschen Angaben scheinbar widersprechenden Erfolg wahrscheinlich veranlaßt, munterte der achtungswürdige Herr Gehlen, der Redakteur des neuen allgemeinen Journals der Chemie Herrn Basse auf, seine Prozedur nochmals genau zu beschreiben und im

neuen allgemeinen Journal mitzutheilen, welcher Einladung auch Herr Baſſe zum großen Vergnügen des chemiſchen Publikums folgte, und im 8ten Hefte des gedachten Journals Seite 199—206 dieſe Wünſche erfüllte.

Dieſes Verfahren und deſſen Beſchreibung weicht in folgenden von den 1ten von Baſſe an den oben angeführten Orte mitgetheilten ab: Baſſe ſchlägt vor, zur Abſonderung des Aethers vom ätherhaltigen Deſtillate, ſo viel Waſſer als die überführende Flüßigkeit betragen dürfte, in die Vorlage zu geben; dadurch ſucht derſelbe auf eine ſehr einfache und zweckmäßige Art die konzentrirte Salzſäure des Deſtillats zu verdünnen und die bei einer zu jähen Vermiſchung des ſauren Deſtillats mit Waſſer, durch die ſtattfindende Erhitzung nothwendigerweiſe erfolgende Verflüchtigung einer geringern oder größern Menge Salzäthers zu verhindern. Ferner beſchreibt gedachter Scheidekünſtler das ganze Verfahren jetzt genauer, als vorhin, nur die Angabe der Temperatur der Luft bei welcher Baſſe arbeitete, hätte nicht vergeſſen werden ſollen. Baſſe wendete bei dieſen Verſuchen eine Schwefelſäure von 1,910 und Alkohol von 0,800, wel-

Digitized by Google

welcher letztere folglich noch 3 Prozente Wasser enthielt und dennoch gaben ihm vermittelst seines abgeänderten Verfahrens 2 Pf. gedachter Schwefelsäure, eben so viel des kaum erwähnten Alkohols und 4 Pf. geschmolzenes salzsaures Natrum (Kochsalz) 5 bis 6 Unzen Salzäther, welcher nach Gehlens Bestimmung im nicht rektifizirten Zustande 0,820 Eigenschwere hatte.

Aus der nöthig gefundenen eben angeführten Abänderung den Aether durch Wasser auszuscheiden, ergiebt sich, daß man noch weniger in dieser Absicht eine Kalilauge anwenden dürfe, weil diese eine noch größere Erhitzung zur Folge haben würde; selbst Basse hält diese erste von ihm vorgeschlagene Absonderungsmethode des Salzäthers für tadelhaft.

Den noch Salzsäure anklebenden ausgeschiedenen Aether, reiniget Basse durchs Schütteln mit flüßigen reinen Ammonium von demselben. In denselben Stück des neuen allgemeinen Journals Seite 206—227 theilt Herr Gehlen nebst mehreren Bemerkungen und Erfahrungen über die Aetherarten überhaupt, welche der Aufklärung der Theorie der Aetherbildung

Digitized by Google

dung im allgemeinen großen Vorschub geben, mehrere Versuche zur Prüfung der Basseschen Prozedur den leichten Salzäther zu gewinnen, mit, und zur Vergleichung der Eigenschaften des Basseschen Salzäthers mit dem nach Courtenveaux's Methode bereiteten, verfertigte sich Gehlen nach letzterer vermittelst des salzsauren oxygenirten Zinns (Libav's Geist) und Alkohol etwas davon.

Bei der Bereitung des Basseschen Salzäthers, sonderte Gehlen selbst durch unmittelbare Vermischung des Produkts der Rektifikation mit Wasser, bei Hinstellung der Gefäße im Schnee, und indem er das Destillat dermaßen langsam in das, das Wasser enthaltende Gefäß laufen ließ, daß es unvermischt über solchen stehen blieb, und nur von Zeit zu Zeit langsames Umschütteln veranstaltete, den Aether ab, ohne bei der Rektifikation des Destillats Wasser in die Vorlage vorgeschlagen zu haben. Die Säure, welche der Aether noch enthielt, entfernte er durchs Schütteln desselben mit einer Auflösung von weinsteinsauren Kali, und rektifizirte den Aether bei einer Wärme, welche kaum mit

der

Digitized by Google

der Hand zu bemerken war, worauf er denn eine Eigenschwere von 0,845 zeigte.

Bei einem solchen Verfahren erhielt Gehlen an nicht rektifizirten Aether von 24 Unzen geschmolzenen salzsauren Natro (Kochsalz) 10 Unzen Alkohol von 0,791 und eben soviel Schwefelsäure von 1,860 Eigenschwere, eine Unze und 3 Drachmen.

Mit welcher zweckmäßigen Ausführlichkeit und Genauigkeit nun auch der letzterwähnte Scheidekünstler sein ganzes Verfahren und die dabei beobachteten Erscheinungen mitgetheilt hat, so würde diese Beschreibung doch noch an Vollständigkeit dadurch gewonnen haben, wenn die Temperatur der Luft und die Dauer der Arbeit bei der Destillation und Rektifikation wären bemerkt worden; weil auch diese Angaben mehr oder weniger anwendbare Maasstäbe bei der Wiederhohlung dieser Arbeit abgeben können.

Herr Gehlen bemerkt übrigens, daß es sehr wahrscheinlich sey, die Mißlingung der Salzäthergewinnung sey der zuerst von Basse angegebenen Abscheidungsmethode zuzuschreiben, wenn

wenn alle von Basse übrigens vorgeschriebene Bedingungen dabei erfüllt worden wären.

Bei Untersuchung der Gasarten, welche sich bei der Bereitung des Salzäthers entbinden, fand Gehlen die bei der 1sten Destillation gewonnene aus kohlenstoffsauren Gas und Salzäthergas oder Dunste, und die bei der Rektifikation erhaltene, aus Salzäthergas oder Dunst mit nur weniger Kohlenstoffsäure zusammen gesetzt.

Um die Vergleichung der Eigenschaften des leichten mit salzsauren oxygenirten Zinne (Libavs Geist) bereiteten Salzäthers und denen des nach Basses Methode gewonnenen bequemer machen zu können, so stelle ich sie hier nur wenig im Unwesentlichen verändert neben einander, wie sie Gehlen in dem angeführten Werke an verschiedenen Orten mittheilte.

Eigen-

Eigenschaften des durch Anwendung des salzsauren oxygenirten Zinnes erhaltenen, rektifizirten leichten Salzäthers.

Seine Eigenschwere beträgt 0,805.

Seine Flüchtigkeit ist so groß, daß sich bei einer Temperatur von 64 Grad Fahrenheit, Dunstbläßchen von einem Stecknadelkopf und größer erzeugen.

Eigenschaften des nach Basse's Art gewonnenen, rektifizirten leichten Salzäthers.

Seine Eigenschwere ist = 0,845.

In seiner Flüchtigkeit übertrift er alle andere Aetherarten, selbst den mit ihm hier in Vergleichung gestellten. Schon bei einer Temperatur von 10° Reaumur oder 52 Grad Fahrenheit, entwickeln sich daraus in offenen Gefäßen, eine sehr große Menge sehr feiner, schnell sich entbindender Dunstbläschen, und bei einer Temperatur von 15° — 16° Reaumur oder 68 bis

bis 70 Grad Fahrenheit, verflüchtigt er sich schon in Blasen, von der Größe eines Stecknadelknopfs bis einer Erbse.

Sein Geruch hat Aehnlichkeit mit dem Schwefeläther; sein Geschmack aber ist milder als dieser, beinahe etwas süßlich.

Er hat einen feinen ziemlich starken angenehmen Knoblauchsgeruch und Geschmack, doch sind diese Eigenschaften bei den nicht rektifizirten stärker. Der Geschmack ist offenbar süß und wegen seiner Flüchtigkeit verwandelt er sich gleich auf der Zunge mit Zischen in Dunst.

Seine Schwerauflöslichkeit im Wasser ist so groß, daß 24 Theile davon noch nicht völlig 1 Theil davon aufzunehmen fähig sind.

Im Wasser ist er noch schwerer auflöslich, als der mit in Vergleichung gestellte: er bedarf, zu seiner Auflösung gegen 50 Theile Wasser. Die Auflösung schmeckt süß, dabei

dabei aber sehr kräftig, weil auch in dieser Auflösung die Elastizität des Aethers sehr wenig geschwächt wird, sondern er sich leicht in Dunstgestalt daraus trennt.

Das Lackmus wird nicht davon geröthet.

Verhält sich eben so.

Angezündet brennt die Flamme, wenn sie klein ist und aus einer kleinen Oefnung kömmt, mit schöner grünen Farbe und ohne Ruß abzusetzen; ist die Flamme aber groß und lebhaft, so hat sie eine gelbe, unten grünlich blaue Farbe und seßt alsdenn Ruß ab.

Das Verhalten gegen das salpetersaure Silber und beim Verbrennen ist ganz dasselbe wie bei jenem, nur daß Erscheinungen, die auf eine größere Menge Salzsäure hindeuteten sich zeigten.

Während des Verbrennens entwickeln sich

salzsaure Dämpfe, die unerträglich sind, wenn man Mund und Nase darüber hält. Geschieht das Verbrennen über salpetersaurer Silberauflösung und wird während dem Verbrennen die Flüßigkeit mit einem Glasstabe umgerührt, so entsteht, ungeachtet immer salzsaure Dämpfe fortgehen, ein sehr reichlicher Niederschlag von Hornsilber.

Wird salpetersaure Silberauflösung zu dem Aether oder zu einer Auflösung desselben in Wasser getröpfelt, so entsteht nur ein kaum merkliches Opalisiren im letztern und im erstern wurde die Silberauflösung nur wenig trübe.

Schon

Schon im Almanach für Scheidekünstler und Apotheker 1803. und im Journal der Pharmazie 11ten Bandes 2tes Stück, hatte ich die eben angeführte große Flüchtigkeit des Basseschen Salzäthers bemerkt und darin den Grund vermuthet, daß ich ihn im flüßigen Zustande nicht darstellen konnte. Da nun neuerdings Herr Basse bemerkt, wie ich schon oben anführte, daß jedes Verfahren, welches Erhitzung und zu starkes Bewegen der ätherhaltigen Flüßigkeit veranlassen könnte, den Verlust des Aethers mehr oder weniger zur Folge haben müsse, welches besonders der Fall bei Absonderung des Aethers aus der ätherhaltigen Flüßigkeit durch jähes Vermischen mit Wasser und Kalilösung sey, welches zu vermeiden Basse vorschlug, bei der Rektifikation der salzätherhaltigen Flüßigkeit Wasser in die Vorlage zu geben, und da die Flüchtigkeit dieses Aethers nach der so eben angeführten Beobachtung Gehlens so groß ist, daß er in offenen Gefäßen schon bei 10 Grad Reaumur in kleinen Bläschen entweicht, so konnte ich nun freylich jene Vermuthung des Grundes, des Mißlingens der Salzätherabscheidung, bei meinen Versuchen mit dem Wissen vertauschen und das Nachtheilige bei dieser Arbeit vermei-

den. Es war hieraus ferner zu schließen, daß nur bei des Winters Kälte diese Arbeit einigen Erfolg haben könne.

Da Basse die Temperatur des Orts, wo er die Salzätherbereitung vornahm, nicht angab, so konnte man leicht verleitet werden dafür zu halten, daß der Unterschied der Temperaturen zu den verschiedenen Jahrszeiten keinen sehr großen Einfluß auf das Gelingen der Salzätherbereitung haben könne: allein die erkannte so große Flüchtigkeit des Salzäthers mußte dieses Dafürhalten unstatthaft machen und schließen lassen, daß schon ein Mehr oder Weniger von einigen Graden der Temperatur, einen beträchtlichen Unterschied in den Erfolg der Salzätherbereitung haben müsse. Diese große Flüchtigkeit des Salzäthers ließ mir schon in voraus kein günstiges Resultat bei Unternehmung dieser Arbeit zur Frühlingszeit hoffen; weil da die Temperatur in meinem Laboratorio gemeiniglich zwischen 10°—12° Grad Reaumur beträgt: da ich jedoch hofte, durch Einsenkung der Vorlage in kaltes Brunnenwasser, die Temperatur der Gefäße um einige Grade herab zu bringen, so beschloß ich die Prüfung der verbesserten Methode

Basses

Basses und Gehlens, wozu ich durch das so eben erhaltene 2te Stück des 2ten Bandes des neuen allgemeinen Journals, in welchen sich die schon oben angeführten Abhandlungen Basses und Gehlens befinden, besonders veranlaßt wurde, nicht bis zur Winterszeit aufzuschieben, sondern zu dieser Jahrszeit noch zu prüfen. Durch eine mir schon diesen Winter gütigst von Herrn Basse übersendete Probe des Salzäthers veranlaßt, war ich schon im Laufe der Winterszeit willens, an die nochmalige Prüfung des mehrerwähnten Bassischen Verfahrens zu gehen; allein, theils die Ueberhäufung mit andern Geschäften, theils, die immer erfolgte Mißglückung dieser Arbeit, wovon ich mir die Ursache nicht hinreichend zu erklären wußte, hielten mich bis zur Erscheinung des verbesserten Bassischen und Gehlenschen Verfahrens davon zurück. Um so dringender aber hielt ich jetzt diese Prüfung, da die besondern Eigenschaften dieses Salzäthers und seine eigene Mischung, in diese chemischen Produkte, dem Arzeneischatze vielleicht eines der kräftigsten Mittel darreichen können, welches vielleicht ein längerer Aufschub verspäten könnte, nicht zu erwähnen des wichtigen Einflusses der Bildung dieses Aethers, auf die Theorie der Aethererzeugung überhaupt; und endlich trieb mich

die Vorstellung, daß vielleicht durch die Bekanntmachung meiner zur Prüfung der Basseschen Methode angestellten mißlungenen Versuche, ein Mißtrauen gegen die Richtigkeit derselben könnte veranlaßt und mancher von der fernern Prüfung könnte abgehalten worden seyn, und daß es Pflicht sey, so viel in meinen Kräften steht, dieses etwa veranlaßte Mißtrauen gegen die Richtigkeit der Basseschen Angaben wieder zu vernichten, zu dieser zu einer nicht ganz günstigen Jahrzeit anzustellenden Prüfung. In dieser Absicht wurden folgende Versuche angestellt.

Erster Versuch.

5 Unzen Nordhäuser Schwefelsäure von 1,896 und 5 Unzen Alkohol von 0,791 Eigenschwere, wurden auf das behutsamste um jedes Erhitzen zu vermeiden mit einander gemischt, und nun diese Mischung zu 12 Unzen glühend geflossenen und gepülverten in einer Tubulatretorte befindlichen salzsauren Natro gegossen, hierauf an die Retorte eine kugelichte Vorlage mit 2 Mündungen welche im Wasser lag, gekittet. In die äußere Mündung wurde eine gekrümmte Glasröhre gekittet, welche in ein Glas mit Wasser geleitet wurde, theils, um den sich entwickelnden Gasar-

ten

ten und gasartigen Flüßigkeiten Gelegenheit zum Entweichen zu geben, theils, durch das dadurch erfolgende Aufwallen des Wassers den Gang der Destillation beurtheilen zu können. Nachdem in diesem Zustande der möglichst verküttete Apparat bis zum folgenden Morgen gestanden hatte, so wurde alles bei sehr mäßigen Feuer bis zur Trockne übergeführt, wobei der vordere Theil des Retortenhalses kaum warm wurde, welches binnen 10 Stunden erfolgte. Während dieses geschahe, entwickelte sich eine große Menge gasartiger Flüßigkeiten, deren Untersuchung mich die Gehlensche überhob. Das Destillat wurde nun in die Retorte zurück gegeben und in die Vorlage 4 Unzen Wasser geschüttet und nun bei noch gemäßigteren Feuer gegen 5 Unzen überdestillirt, welches binnen 9 Stunden erfolgte, wobei sich abermals ätherhaltiges Gas entwickelte, so kühl auch die Vorlage durch frisches Wasser gehalten wurde. Als ich jetzt die Flüßigkeiten aus der Vorlage in ein geräumiges Glas schüttete, so konnte ich nicht die mindeste Spur Aether abgeschieden finden, obschon die Flüßigkeit auf das durchdringendeste nach Aether roch: 1. 2. 3. 4. Unzen Wasser, die nach und nach hinzu gefügt wurden, bewirkten ebenfalls

keine Absonderung von Aether. Als ich nun zur Abstümpfung der zugleich mit überdestillirten Salzsäure eine konzentrirte Auflösung des weinsteinsauren Kalis hinzufügte, so erfolgte ein bedeutendes Aufwallen, durch in Gasgestalt entweichenden Salzäther veranlaßt. Jetzt sonderte sich endlich eine so geringe Menge gelblich gefärbter Aether ab, daß er keine halbe Drachme betragen konnte, und nach einigen Stunden ohngeachtet der guten Verstöpfelung verschwunden war.

Die Temperatur der Luft war bei diesen Versuchen 10° Reaumur, und die des die Vorlage zum Theil umgebenden Wassers 9° Reaumur. Ich beschloß den Versuch nochmals mit einer größern Menge Materialien und wo möglich mit einer noch größern Behutsamkeit zu wiederhohlen.

Zweyter Versuch.

Ein Gemische von 10 Unzen des angeführten Alkohols und eben so viel der erwähnten Schwefelsäure, wurden über 24 Unzen geglühtes und gepülvertes in einer Tubulatretorte befindliches salzsaures Natrum gegossen, eine sehr geräumige Vorlage angekittet und vorher zwischen die Fügung eine zweyschenkeligte Röhre ein-

eingefügt und den äußern Schenkel derselben mit einem Glase, in welchen eine Unze des erwähnten Weinalkohols befindlich, in Verbindung gesetzt; hierauf wurde die Destillation nach 12 Stunden bewerkstelligt und alles bis zur Trockne übergeführt, wobei das Feuer so gemäßigt war, daß das vordere Ende des Retortenhalses kaum bemerkbar warm wurde. Während der Destillation verursachten die sich entwickelnden Gasblasen ein häufiges Aufwallen im Alkohol des mit der Sicherheitsröhre in Verbindung stehenden Gläschens. Das Destillat war sehr dampfend und roch stark ätherartig. Es wurde wieder in die Retorte zurück gegeben und bei noch gemäßigtern Feuer etwas über die Hälfte des Destillats in die mit 8 Unzen destillirten Wasser versehene Vorlage überdestillirt, wobei das Feuer so gelinde war, daß blos im Anfange sich Gasblasen in den Alkohol des Gläschens zeigten. Das Rektifikat betrug nach vorgenommener Wägung 11 Unzen, war sehr sauer und roch stark ätherartig. Ich war schon im Begriff, mich über eine scheinbare oben aufschwimmende Menge Salzäther zu freuen, als bei erfolgten leichten Umschütteln, die über einander stehende Flüßigkeiten sich mischten und vom Aether nichts mehr zu sehen war, wobei sich durch verflüchtigten Aether bewirkt, eine

ansehnliche Menge Gasblasen entwickelten. Ich vermischte jetzt etwas von der ätherhaltigen Flüßigkeit nach und nach mit 1—6 Theilen Wasser, wobei sich nach leichten Umschütteln eine große Menge Gasblasen entwickelten, aber von Aether zeigte sich keine Spur im flüßigen Zustande. Zu der übrigen Flüßigkeit setzte ich jetzt eine konzentrirte Auflösung vom weinsteinsauren Kali um die Säure abzusondern. Es erfolgte hierdurch ohne das mindeste Umschütteln ein heftiges Aufwallen durch entweichenden gasartigen Aetherdunst; ohne daß sich eine Spur von flüßigen Aether zeigte. Sämmtliche ätherhaltige Flüßigkeiten wurden aus einer saubern Tubulatretorte in denselben Apparate, bei einem Feuer, wodurch der Sand sich kaum erwärmte, rektifizirt und dadurch 1½ Unzen Destillat erhalten. Schon ehe Feuer untergelegt wurde, entwickelten sich Gasblasen, die durch die Sicherheitsröhre entwichen und bei sehr geringer Erwärmung eine Zeitlang anhielten. Das Destillat roch sehr stark ätherartig. Nachdem nach und nach 1½ Unze Wasser war hinzugefügt worden, wobei jedesmal ein Aufschäumen der Flüßigkeit bei einem unbedeuteten Schütteln erfolgte, so sonderte sich eine gelbgefärbte 1½ Drachme betragende ätherartige Flüßigkeit ab, welche aber zu meiner großen

Ver-

Verwunderung keinesweges die Eigenschaften des Bassescheu Salzäthers und des entweichenden gasartigen Fluidums besaß; sondern sich beinahe wie Schwefeläther verhielt, doch bei der vorgenommenen Prüfung sich salzsäurehaltig zeigte.

Die Temperatur der umgebenden Luft und des Wassers in welches die Vorlage eingetaucht war, kam der im vorigen Versuche gleich.

Da das Resultat des vorigen Versuchs nichts weniger als Gnüge gebend war, so beschloß ich die nochmalige Wiederhohlung desselben, und da ich vermuthete, daß durch die zu lange fortgesetzte Rektifikation zu viele Salzsäure zum Rektifikat gekommen seyn könne, welche alsdann vielleicht dem Aether eine leichtere Auflösbarkeit verschaffe, so beschloß ich nicht soviel Flüßigkeit bei dem nun anzustellenden Versuche überzutreiben, um diese Verunreinigung zu vermindern.

Da mich zu einer andern Zeit angestellte Versuche belehrt hatten, daß eine leichte Glühung dem salzsauren Natro sein Kristallwasser, so gut raube wie ein glühendes Schmelzen; so beschloß ich ein solches zu dem folgenden Versuche anzuwenden.

Dritter Versuch.

12 Unzen ½ Stunde leicht durchglühtes salzsaures Natrum wurden zerrieben und in einer Tubulatretorte mit einem Gemische aus 5 Unzen der mehr angeführten Schwefelsäure und eben so viel des oft bemerkten Alkohols überschüttet und nachdem der ganze Apparat wie Versuch 1. eingerichtet worden war, nur mit der Abänderung, daß der äußere Schenkel der in die Vorlage eingekütteten Sicherheitsröhre in ein Glas, welches eine Unze des bemerkten Alkohols enthielt geleitet und die Vorlage beinahe völlig unter Wasser gesetzt wurde. Nach genauester Verkittung des ganzen Apparats und Austrocknung desselben wurde nach 18 Stunden die Destillation angefangen und bei sehr gemäßigten Feuer binnen 10 Stunden alles bis zur Trockne übergetrieben. Das Destillat betrug 8 Unzen, solches wurde nebst dem in dem vorgelegten Glase befindlichen Alkohol, welcher jetzt mit Salzsäure vermischt war, wieder in die Retorte zurück gegeben und nun nach vollzogener gehöriger Anlutirung und vorgestellten mit 2 Unzen Wasser versehenen Glase, in welche die Lüftungsröhre geleitet wurde, in die mit 4 Unzen destillirten Wasser versehene Vorlage 4 Unzen Flüßigkeit auf das behutsamste überdestillirt. Um genau bestimmen zu

kön-

können, daß nicht mehr als 4 Unzen überdestillirten, hatte ich vorher die kugelichte Vorlage in der vorliegenden Richtung gemessen und den Raum, welchen 8 Unzen Flüßigkeiten einnahmen mit Wachs bezeichnet. Das Feuer wurde so gemäßigt unterhalten, daß, nachdem im Anfange einige Gasblasen übergegangen waren, solches binnen den ersten 2 Stunden nicht mehr statt hatte, und die Tropfen nur einzeln alle 3—4 Stunden herabfielen, welches bei einer Erwärmung erfolgte, wobei die Retorte kaum milchwarm wurde. Nach diesem Zeitraume wurde das Feuer nach und nach etwas verstärkt, bis zum Warmwerden des hintern Theils des Retortenhalses, wobei die Tropfen etwas schneller fielen und dann und wann einzelne Gasblasen erfolgten, die Vorlage aber in ihrer Temperatur unverändert blieb. Die Temperatur der Luft war an diesem Tage den 12ten Mai an den Arbeitsorte 8 Grade Reaumur über dem Gefrierpunkte, die des Wassers worin die Vorlage lag 7 und 7½ Grad derselben Scale. Die Destillation war binnen 9 Stunden beendigt. Nach völliger Erkaltung der Gefäße wurde das Destillat nebst den vorgeschlagenen 4 Unzen betragenden Flüßigkeit gewogen und 8½ Unze schwer gefunden. Eine ziemliche Schicht Aether zeigte mir das Gelungenseyn der Arbeit.

Mög-

Möglichst schnell wurde solcher durch den Scheidetrichter abgesondert, er betrug 6 Drachmen. Durch Zusatz von noch 2 Unzen Wasser zu der vom Aether abgeschiedenen Flüßigkeit, sonderte sich noch eine halbe Drachme Aether ab. Zur Abstümpfung der Säure des Destillats wurde nach und nach eine Auflösung von 4 Unzen weinsteinsauren Kali in 2 Unzen destillirten Wasser gemischt; allein die dadurch von mir beabsichtigte Absonderung noch eines Theils Aether, von welchen ich mir vorstellte, daß er durch die Säure im aufgelößten Zustande zurück gehalten werden könne, erfolgte nicht: es zeigte sich zwar die Oberfläche der Flüßigkeit gleichsam wie mit Aether überzogen, und es entwich auch während mäßigen Umschütteln Aether in Gasgestalt in ziemlicher Menge; allein es war mir nicht möglich noch etwas davon in flüßigen Zustande abzusondern. Zur Absonderung der noch am Aether hängenden Säure, wurde solcher mit einer Auflösung von 1 Theil weinsteinsauren Kali in 2 Theilen Wasser geschüttelt, und dadurch an völlig säurefreien Aether 6 Drachmen erhalten.

Der günstige Erfolg dieses Versuch munterte mich auf, solchen mit einer größern Menge Materialien und mit nicht geglühten, nur scharf getrockneten, verprasselten salzsauren Natro zu wiederhohlen.

Vier-

Vierter Versuch.

Eine Mischung von 10 Unzen des erwähnten Alkohols und eben so viel der mehr erwähnten Schwefelsäure, wurde anf 24 Unzen verprasseltes und gepulvertes Kochsalz in eine geräumige Tubulatretorte gegossen und nachdem der Apparat, wie im vorigen Versuche erwähnt worden, zugerichtet war, so wurde auf diese Weise destillirt, rektifizirt, der Aether abgeschieden und von Säure befreiet. Es wurde hiedurch 1 Unze und 1½ Drachme säurefreier Salzäther erhalten, welcher eben so wie der in vorigen Versuche erhaltene, die von Basse und Gehlen angezeigten Eigenschaften besaß. Sein spezifisches Gewicht betrug bei einer Temperatur der Luft von 10 Grad Reaumur über den Gefrierpunkt 0,825.

Nachdem mir es nun in diesen beiden letzten Versuchen glücklich gelungen war und zwar mit einem nicht glühend geflossenen salzsauren Natro, Salzäther nach Basses verbesserter Angabe zu gewinnen, so drängt sich nun die Frage auf: Wie gieng es zu, daß in den 1ten und 2ten Versuche wenig oder gar kein Aether konnte dargestellt werden, da doch die Umstände nicht bedeutend abweichend waren von denen bei den 3ten und 4ten Versuche? Man kann annehmen, daß der obschon geringe Unterschied in der Temperatur der Luft, die vielleicht minder sorgfältige Verwahrung der Gefäße durchs Lutiren, die zu lange fortgesetzte Rektifikation, wodurch die Flüßigkeit mit zu viel Salzsäure vermischt werden mußte, wodurch vielleicht der Aether in Wasser leicht auflöslicher wurde und nicht in dem Verhältnisse abgesondert werden konnte, als da dieser Fall nicht eintrat, dazu beigetragen

gen haben können, um die Gewinnung des Salzäthers im 1ten und 2ten Versuche zu vereiteln.

Es folgt aus allen diesen, daß zum bestmöglichsten und leichtesten Gelingen der Salzäther-Gewinnung ausser der Anwendung des scharf getrockneten oder leichtgeglühten salzsauren Natrum, der möglichst konzentrirten Schwefelsäure und des höchst wasserfreien Alkohols, die behutsamste Regierung des Feuers, die größtmöglichste Abkühlung der Vorlage und der ätherhaltigen Flüßigkeit, aus welcher der Aether abgeschieden werden soll, welche in den zweckmäßigsten Grade nur zur Winterzeit statt haben kann, bei Anwendung der übrigen von Basse und Gehlen angegebenen Verfahren und Vorsichtsmaaßregeln, gehöre.

Diese und die von mir schon vorher an den angeführten Orten mitgetheilten Versuche, dienen zu gleicher Zeit der Wahrheit zu Bekräftigung, daß das Gelingen einer Arbeit sehr oft von unbedeutend scheinenden Umständen abhängen kann; auch beweisen sie zu gleicher Zeit, wie nothwendig es sey, bei Beschreibung neuer Verfahrungsarten, welche man als Vorschriften oder zur Prüfung vorlegt, besonders wenn man die Eigenschaften des dadurch zu gewinnenden Produkts noch nicht kennt, so genau und umständlich als möglich in Mittheilung aller Umstände, welche auf das Gelingen oder Mißlingen der Arbeit Einfluß haben können, zu seyn, und da der Fall eintreten kann, daß man einen oder den andern Umstand mit Unrecht als unwesentlich zum Gelingen der Arbeit ansieht, so ist etwas Weitläufigkeit der zu großen Kürze in der Beschreibung vorzuziehen.

Endlich bewährt sich auch hierbey die Wahrheit des Sprüchworts: Dies diem docet. —

Digitized by Google

Digitized by Google